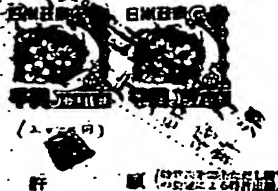


優先	特許
特許	特許
特許	特許
特許	特許



昭和46年2月22日

特許庁長官 佐々木 学 殿

特許出願書

1. 発明の名称
プラズマ放電法および装置
2. 特許請求の範囲に記述した発明の数 2
3. 発明者
住所 アメリカ合衆国マサチューセッツ州ベルモント・ブルックサイドアヴェニュー 121
氏名 レランド・ユニオン・アシユマン (外1名)
4. 特許出願人
住所 アメリカ合衆国マサチューセッツ州ケンブリッジ・エイコーンパーク 25
名称 アーサー・ディー・リトル・インコーポレーテッド
代表者 ドナルド・シー・ボワースワック
国籍 アメリカ合衆国

方式登録

46 008075



明 細 書

1. [発明の名称]

プラズマ放電法および装置

2. [特許請求の範囲]

オ 1 項

放電されるべき表面を気密室の中に置く。該室を約10分の1ないし10mmHgの圧力まで排気する。放電された後に、重量で該室内の全気体の約10ないし90%の量の塩素、臭素またはヨウ素を注入する。および該室内の内部に高周波電界を形成し、そうすることによって該表面上に存在するあらゆる微生物を破壊する塩素、臭素またはヨウ素のイオンを作る度を有する表面放電法。

ケ 2 項

低圧プラズマと接触させることを通して表面を放電するための装置であつて、気密室を形成している手段と、該室

②1 特願昭46-8075

①1 特開昭46-1947

④3 公開昭46.(1971)10.6

審査請求 無

①9 日本国特許庁

⑬ 公開特許公報

庁内整理番号

⑤2 日本分類

6824 54

94 A82.6

の内部で破壊されるべき表面を置くための支持手段と、該室の内部の気体の圧力を減少させるようになつてゐるポンプ手段と、該室の中へ放電ガスを注入するようになつてゐるガス供給手段と、放電体の内部に高周波電界を形成するためのイオン化手段とを有する装置。

3. [発明の詳細な説明]

本発明は、表面の処理に関するものであり、特に、放電すなわち微生物の除去を行なうのに時節加熱をすることができない、ガラス、プラスチックおよび塗料等のような物質の表面の処理に関するものである。

多種多量の薬品、食品、および飲料がガラスやプラスチックの容器に入れられて分配されるが、多くの場合、入れる手置と密着することになるこれらの容器の内外面の放電すなわち細菌などのような微生物の除去をすることが必要である。普通に用いられる放電法は、そのような容器を、

微生物が破壊される温度まで加熱する方法である。ガラス容器の場合には、経済上の理由で、なるべく安い種類のガラスを使用することが望ましいが、これらの安いガラスは、急速な加熱および冷却ができない、熱力学的性質および熱膨張率を考へてゐるのが通例である。そして、このことは、通常のガラス容器を、または或る型の一種高価なガラスで作られた容器でさえも、破壊するためにはゆつくり加熱し、そしてゆつくり冷却する必要があることを意味する。大規模の充填操作では、このようにして各容器を個々に破壊することは実用的でないで、大量の容器を一度に破壊するのが慣例である。そして、このことは、ガラス容器がその後充填されるまで完全破壊状態で貯蔵されることを要する。

多くのプラスチック材料は、それが破砕容器として使へるよう強い加熱減圧を行なうことができる破点を持つていない。加熱減圧ができるプラスチックは、或る時間加熱

- 8 -

ないので、誘導加熱には向かないし、誘導加熱は表面破壊として実用的でない。最近、電氣を通さず、電伝導度が比較的低い物質（例えば、ガラス、プラスチック等）の表面を破壊するための新しい方法が、米国特許第 3,888,816 号で明らかにされた。この方法は、被破すべき表面を表面に何らかの物理変化が検出される前に、しかも表面のあらゆる微生菌を破壊するのに十分な長さの時間だけ極めて高い温度で、気体パルスプラズマに、曝露させることから成つてゐる。この従来のプラズマ破壊法による曝露時間は、通常、1 秒以下であり、正確では 10 分の 1 秒以下である。微生物を殺すために主として瞬間の強い熱に依る方法は、効果的であるが、超熱や高温斑点の生成による表面の破壊を防ぐために、非常に正確な調節制御を必要とする。その上、米国特許第 3,888,816 号の方法が必要とするような非常に短かい時間のパルス誘導プラズマを作るには大電

- 5 -

特開 昭 48-1947 の

した後にゆつくり冷却することを要する。プラスチックにおける熱膨張率の問題は、ガラスの場合程には考慮しなくてよいが、それでも冷却は注意深く行ない、充填されるまで減圧状態で維持しなければならない。

破砕は、勿論、硬化エチレン、塩素、過酸化水素などを用いるようにして、化学的にも行なわれる。これらの化学薬品のいくつかは使用するのが危険であり、必ずしも信頼できない。

充填法の中には密閉充填ができるものもあるが、多くはそうでなく、充填のために容器を開すことが必要である。例えば、多くの薬品は、充填のために加熱することも、高圧容器の中に圧入することもできない。また、多くの食料品は、もしも充填のために高圧に曝されたらならないとすれば、過熱することになるであろう。

ガラス、プラスチックおよび腐蝕性薬品は電気伝導性では

- 4 -

力電を要する。

破砕のためにプラズマを使用することは、優勢破壊法に比べて、多数の重要な利点を持つてゐる。その 1 つは、例えば容器内部の熱源は、容器の光致工程の中にあつてこれと一体になつてゐる付加段で行なつてよく、こうして、希望ならば、回分破壊の必要性と、同分の容器を光致される時まで被覆材で貯蔵し、取出しとすることが排除される。故に、取出時間の腐敗性を抑えず、厳しい制御をあまり必要としない、改良されたプラズマ破壊法を得ることが望ましかつた。

従つて、本発明の第 1 の目的は、ガラス、プラスチック、腐蝕性薬品および同様の物質の表面を被覆して、微生物を除くために、プラズマを用いる改良された方法を与えることである。本発明の別の目的は、従来のプラズマ破壊法より簡単に創出出来、それ程多い電力を必要としないプラズマ

- 6 -

を使用する、プラズマ成膜法を与えることである。本発明のさらに別の目的は、容器が充満の直前に成膜され、こうして充満される時まで成膜状態で貯蔵する必要がなくなるように、容器充満組立工程の中に組込むことができる、成膜法を与えることである。

本発明の別の目的は、ガラス、プラスチックおよび金属製品の表面をプラズマ成膜するための装置を与えることである。本発明のさらに別の目的は、充満組立工程の中に組み込み、その一部とすることができ、前記の効果を付与した装置を与えることである。本発明の他の目的は、一部は明白であり、一部は以下で明らかにするであろう。

従つて、本発明は、いくつかの段およびその一つまたはそれ以上の段の互いに対する関係と、このような段を實現するために適用される構造の導線、要素の組合せおよび部分の配置とから成つており、本発明の範囲は、特許請求の

— 7 —

成膜された表面が得られる。

本発明の装置は、成膜されるべき表面と接している気体媒体の圧力を低くするための手段と、該表面に制御された量の成膜ガスを供給するための手段と、該成膜ガスをイオン化するための手段とを要するものとして、定めることができる。イオン化されるべき表面は成膜室の中に置かれるか、或いは、もしも該表面が容器の内腔であるならば、該容器を封じて気密室の周りをさせてもよい。希望によつては、装置の構成要素を希望の順序で自動的に動かすための自動制御手段を、装置に与えてもよい。

第1図は、本発明に従つて構成され、また本発明の方法に従つて動作する装置の、簡略化され、いくらか理想化された図である。

容器10は、プラスチックやガラス罐のようなものであり、第1図の成膜装置の中で、内外を成膜されるべきもの

— 9 —

特開 昭46-1947 (3)

範囲の中で示されるであろう。

本発明の性質および目的をよりよく理解するためには、図付の図面と関連して行なわれる、以下の詳細な記述を参照にするべきである。

本発明の方法は、成膜されるべき表面が、重量で約10%から90%までの量の成膜ガスをイオン状態で含有する、低圧気体プラズマと接触すること、によつて成膜づることができる。成膜ガスの低圧プラズマを使用すると、成膜時許す8888168号の方法によつてプラズマ成膜を行なうときの温度より著しく低い温度となる。そして、このことは、成膜すべき表面の成生物を完全に成膜するのに要するだけ、成膜時間を長くしてよいことを意味する。また、同時制御が臨界的でないか、或いは達成するのにむずかしいことを意味する。その純粋な結果として、何らの損傷も受けず、かなり少ない消費電力で達成される、完全に

— 8 —

である。(希望図のこのような様、または成膜すべき物の表面が、この装置の中で成膜されることは、勿論わかるであろう。)便宜上、罐10は、駆動を形作っている外壁14の底部18に適當な構式で固定されている軸12に支持されている、台11の上に置かれている。或いは、底部18の上に直接、罐を置いてよい。底部18と外壁14の下端に取付けられているフランジ16との間には、オリング15のような適當な密封手段が置かれている。軸12は矢印で指示されている方向に動くことができ、電動機17によつて上下に駆動される。底部18がその最上位にやられてフランジ16との間が封じられると、気密室20が形成される。

気密室20は、弁26を持つ導管25を経て、真空ポンプ24と結ばれている。同時に、成膜ガス(例えば、塩素)の罐28が、弁30を持つ導管29を経て部室20

— 10 —

と結ばれ、真空管の部82が、弁84を持つている導管88を経て結ばれている。

外被14は、ガラスのような電気不導材料で作られており、そのまわりに高周波コイル40が巻かれている。コイル40と電極48との間には、高圧高周波発振器のような電源41がスイッチ42を介して接続されている。

装置は手で動かすこともできるが、第1図に時図示されているような自動制御器を組込んでいたのが望ましい。このような自動動作方式はこの分野で公知であり、いろいろな従従構成要素を所定の順序で自動的に操作することができ、任意の電圧を使用してよい。例として、弁26、弁80ならびに弁84、スイッチ42および電動機17を動かすことができる通常のスイッチ手段と結合した同時機構を考へよう。場10は、底部18がその最下位にある時に、台11の上で置かれるとする。その時サイクルが始まる際

- 11 -

に、底部18を下進させる。こうして、サイクルおよび本発明の方法の段階が完了する。

1つの場が真空伝導体である種材料で作られた容器を、説明したいことがある。このような容器の一例は、典型的なものとして第2図に図解されているように、外壁から内側へ、ろう64、紙66、金箔層67およびろう68の各層を有する層状物65で形成されている、牛乳紙箱である。第3図には、そのような容器60の内壁を説明するために特に関連した、改良図解が図解されている。この図解では、第1図と同様の構成要素を参照するの代、向側の番号が用いられている。部20の中の低圧放電ガスをイオン化するために必要な高周波電界は、容器60の中へ延びている電極65、スクリーン電極66、および例えば図のように出力信号が生成された、適当に負荷されたプレート電極67と高周波発振器である、関連電源41を用いて発生さ

- 13 -

特開 昭46-1947 (4)

るが望み、同時機構が制御器48を動かすと、これが電動機17を作動させ、気圧が解放されて部20が排気のための状態になる迄、底部18を上昇させる。それから、制御器47が真空ポンプ24を動かす、また弁26を開くが、この状態は部20の圧力が所望の水準に達する時まで維持される。所望の水準に達すると、制御器47が弁26を閉じ、また真空ポンプ24を切る。それから、制御器48が弁80を開いて、所定の量の放電ガスを部20の中へ注入させてから、弁80を閉じる。それから、制御器49がスイッチ42を動かして、高周波コイルに所望の時間だけ電力を供給し、その後で再びスイッチを開いて、電力およびプラズマを切る。それから、制御器50が弁84を開いて、無菌空気または他の無菌ガスを部20が大気圧になるまで導入し、その後で弁84を閉じる。最後に、制御器51が電動機17を動かして、場10が取出せるよう

- 12 -

れる。もしも、外被14が金属であつて電気伝導性であれば、それが一方の電極として働くので、スクリーン電極66を省いてよい。

もしも、放電すべき表面が容器や場の内壁であれば、そして勿論、場が排気に対して気密にするために適当に封じることができるのであれば、場の内容物を排気されるべき面として用いることが可能である。この形式で実行されるように設計されている装置の機構は、第4図に示されており、ここで、第1図および第3図にあるのと同様の構成要素を参照するためには、向側の番号が用いられている。内壁を放電すべき場は、摩擦取付けリング80のような何らかの適当な器具によつて、下部に固く結ばれ、それが放電位置へ上方に動かされる時、弾性材料で作られているか、それで覆われている止め輪81によつて封じられる。止め輪81は、部82の一部であり、導管25、29および

- 14 -

38がこれを通し、これに対して封じられている。希望によつてはこの蓋を可動とし、台11を停止部としてもよい。オ4図の破面は、長さに沿つて均一な法を持つ面に通している。オ4図でコイルは、場10の形に適合するため、径が下図8'4より小さい上蓋88を持つように作られている。

隔てられた作無順序の目的または平均制は、オ1図に開して説明したのと同じ様式で、オ8図およびオ4図の破面に対して使用することができる。

破面されるべき表面を囲んでいる空間、すなわちオ1図およびオ8図の破面20、或いはオ4図の場の内部は約10分の1mmHgまで汲出さねばならず、代表的な圧力は約0.5mmHgである。注入される破面ガスの量は、約1から10mmHgまでの場の圧力を吸すに十分であり、質量で約10から90gまでのガスが容器または場の中に含まれ

-16-

る形状、等の動作因子は、全て相互に関連しており、希望する任意の系に対して容易に決定することができる。

イオン化できる破面ガスは、一般に、塩素、臭素またはヨウ素であり、塩素が好ましい。真空を破つて、破面された表面を吸扱うことができるため、牛乳紙箱に牛乳を充填し、それを冷却して密封するとか、破面された牛乳紙箱を包絡するとかして、破面された表面が通常に封じられるまで、表面を無菌空気または何か他の適当な無菌気体で包うことが、一般に望ましい。

本発明の方法を、さらに、非限定的な例で説明する。

オ1図に示されているような、プラスチックの1ペイント場20本の内面および外面を、表面積約6.45cm² (1平方インチ)あたり芽胞約1000個の密度で、PSO芽胞を接種した。この容器の中の10本を気密室の中に置き、約10分の1mmHgまで排気してから、2mmHgの圧力を

-17-

特開 昭46-1847 (9)

る電圧になるべきである。破面ガスをイオン化する高周波電界の印加時間は、存在する破面ガスの量、ガスの圧力、および高周波電界の電圧ならびに周波数に依存する。ガスの温度は、大気圧でガス中に形成される陽極プラズマと比べると相対的に低いので、破面されるべき表面を攻撃する電圧は殆んど低く、プラズマ持続時間の正確な測定はあまり重要でない。破面は正確の場合、数秒間で完了される。

高周波電界を発生させるために使用する電力は、使用される破面ガスの量と量とによつて、また、高周波電界が発生する容積の幾何学的形状によつて決められるであろう。一般に、使用される電圧は約500から5000ボルトまでの間であろう。高周波電界の周波数は約1から10メガサイクルまでの範囲にある。通常は、適定された電の動作因子と矛盾しない限り、このような高圧と高周波数とを用いるのが好ましい。しかしながら、電圧、圧力、電圧、電周

-18-

で塩素を注入した。1000ボルトの電圧と8メガサイクルの周波数とで、高周波電界を発生させ、こうして形成された塩素プラズマは、容器の内外を照亮しているイオン化された塩素プラズマにさらすために、約8秒間維持された。そして、無菌空気を注入した後、容器を取出し、表面にかんてん培養基を接種した。

比較のために、他の10本の場は、同じような圧力の塩素蒸気1時間さらし、それからかんてん培養基を接種した。

かんてん培養を85℃の温度で86時間育ててから検査すると、プラズマ破面面から取つたかんてん培養は、芽胞が全て死んでいたのに対して、塩素蒸気に浸した紙箱から取つたかんてん培養は、芽胞群が群がっていた。塩素をヨウ素または臭素と交換しても同様の結果となつた。HClは効果的であつたが、塩素ガスから抽出した塩素イオンは

-18-

は力がなかつた。水素、水蒸気、酸素および窒素で形成したプラズマは、同等効果が大きいわけではなかつた。使用される放電ガスは、使用すべき微生物の種に応じて変えてよい。次に放電ガスは、特定の微生物を殺菌することができ、イオンを形成するため、低圧でイオン化される可能性のあるガスとして決められる。

本発明の方法および装置によつて、静電または誘導加熱、高電圧加熱、圧力が強い場合、或いは化学処理のような技術によつては処理できない表面を滅菌することができる。本方法は、特に、強い熱に耐えることができないプラスチックまたはろうの表面を滅菌するために適している。

どうして、前述の目的をかんづく以上の記述から明らかになつた目的は、効果的に達成されることがわかり、また、上の方法の実施および上述の構造は、本発明の範囲から離れることなく或る程度の改良を加えることができるので、

- 19 -

90%の量の塩素、臭素またはヨウ素を注入する段、および放電の内部に高周波電界を形成し、そうすることによつて該表面上に存在するあらゆる微生物を殺菌する、塩素、臭素またはヨウ素のイオンを作る段を有する表面滅菌法。

5. 上記のオ4項による方法であつて、該高周波電界が、放電を起しているコイルを励起することによつて形成されること、を特徴とする方法。

6. 上記のオ4項による方法であつて、該表面が容器の内面であること、そして該高周波電界が、該容器の中に挿入された電極と該容器を起している電極との間に電圧をかけることによつて形成されること、を特徴とする方法。

7. 上記のオ4項による方法であつて、該高周波電界の周波数が1ないし10メガサイクルの範囲にあること、を特徴とする方法。

8. 低圧プラズマと接触させることを通して表面を滅

- 21 -

特開 昭45-1847 (の

以上の記載にきまれ、或いは添付の図面に示されている全ての事項は、限定の意味を持たない明示として解釈されることが意図されている。

本発明の実施態様には次のものがある。

1. 電圧で約1.0ないし90.5の放電ガスをイオン形で含む低圧ガスプラズマに滅菌されるべき表面を接触させる段を特徴とする表面滅菌法。

2. 上記のオ1項による方法であつて、該放電ガスが塩素、臭素またはヨウ素であること、を特徴とする方法。

3. 上記のオ1項による方法であつて、該プラズマ圧力が水銀柱で約1ないし10mmの範囲にあること、を特徴とする方法。

4. 滅菌されるべき表面を気密室の中に置く段、該室を約10分の1ないし10mmHgの圧力で排気する段、該排気された室に、電圧で該室内の全気体の約10ないし

- 20 -

滅菌するための装置であつて、該表面と接触する気体の圧力を減少させるための手段と、その結果である低圧気体の中に所定の量の放電ガスを注入するための手段と、該放電ガスをイオン化するための手段とを有する装置。

9. 低圧プラズマと接触させることを通して表面を滅菌するための装置であつて、気密室を製作している手段と、該室内で滅菌されるべき表面を置くための支持手段と、該室内の気体の圧力を減少させるようになつてゐるポンプ手段と、該室の中へ放電ガスを注入するようになつてゐるガス供給手段と、該気体の内部に高周波電界を形成するためのイオン化手段とを有する装置。

10. 上記のオ9項による装置であつて、さらに該室の中へ放電ガスを注入するための手段を有すること、を特徴とする装置。

11. 上記のオ9項による装置であつて、さらに該ボ

- 22 -

特許出願人 アーサー・デー・リトル・
インコーポレーテッド

代理人 弁護士 小田島 平 吉

ンプ手段と該ガス供給手段と該イオン化手段とを順序に従
つて起動するための制御手段を有すること、を特徴とする
装置。

4. (図面の簡単な説明)

第1図は、ガラスまたはプラスチックの容器の表面を被
覆するように設計された、本発明による装置の略図である。

第2図は、金属箔被覆容器の壁の部分断面図である。

第3図は、第2図に示されているように、1つの層が電
気伝導材料で作られている覆層材料から作られた容器の内
面を被覆するように設計された、本発明による装置の略図
である。

第4図は、プラズマが内面を被覆されるべき容器の内部
全体に形成される、第1図の装置の改良形である。

- 2 3 -

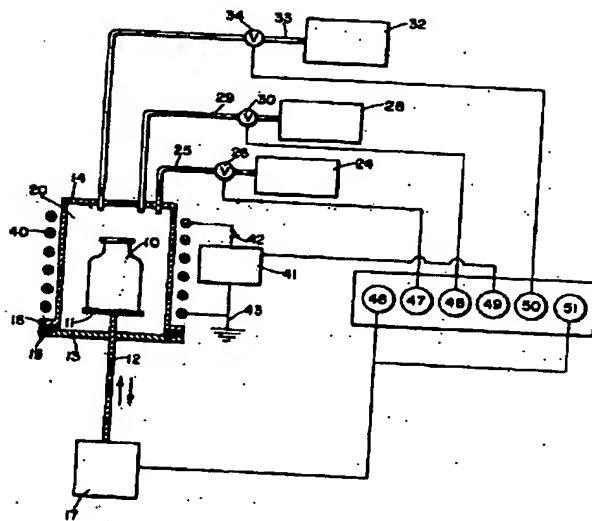


Fig. 1

- 2 4 -

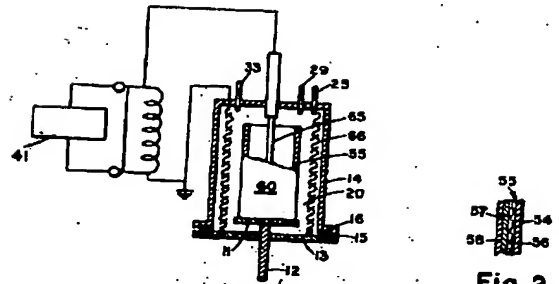


Fig. 2

Fig. 3

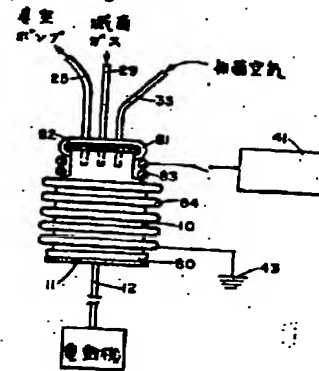


Fig. 4

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.